

SINTESIS NANOPARTIKEL MAGNETIT DENGAN METODE DEKOMPOSISI TERMA

(MAGNETITE NANOPARTICLE SYNTHESIS BY THERMAL DECOMPOSITION METHODS)

Rahyani Ermawati dan Emmy Ratnawati

Balai Besar Kimia dan Kemasan, Kementerian Perindustrian
Jl. Balai Kimia 1, Pekayon, Pasar Rebo, Jakarta Timur

E-mail: ermakyoto@yahoo.com

Received 25 Maret 2011; revised 31 Maret 2011; accepted 11 April 2011

ABSTRAK

Sintesis nanopartikel besi oksida, khususnya magnetit (Fe_3O_4) telah berkembang dalam beberapa tahun terakhir ini. Hal ini disebabkan antara lain oleh adanya sifat supermagnetis yang dimiliki menyebabkan nanopartikel magnetit mendatangkan manfaat dalam aplikasinya. Masalah yang ada dalam sintesis nanopartikel oksida logam Fe_3O_4 adalah cara untuk memperoleh nanopartikel yang *nondisperse* dan tidak teraglomerasi dimana persyaratan ini diperlukan dalam aplikasi nanopartikel magnetit di berbagai bidang. Pada penelitian ini dilakukan sintesis nanopartikel Fe_3O_4 (magnetit) secara *bottom-up* dengan metode dekomposisi termal. Nanopartikel yang diperoleh dikarakterisasi dengan menggunakan alat PSA (*Particle Size Analyzer*), *Benchtop microscope*, SEM (*Scanning Electron Microscope*), kemudian dilakukan interpretasi terhadap hasil yang didapatkan. Dari hasil karakterisasi dapat disimpulkan bahwa proses dekomposisi termal dari Fe(III) *acetylacetonate* hingga 280°C menghasilkan Fe_3O_4 dengan distribusi ukuran partikel nano yang beragam. Diameter partikel Fe_3O_4 yang terbentuk berukuran 50,0 nm hingga 53,9 nm. Bilangan distribusi tertinggi berada pada diameter 50,0 nm sebesar 69,27%, dengan diameter partikel rata-rata sebesar 51,3 nm.

Kata Kunci: Sintesis nanomaterial, Magnetit (Fe_3O_4), Dekomposisi termal

ABSTRACT

Synthesis of Ferri oxide magnetite (Fe_3O_4) has been developed in recent years. The superparamagnetic properties on magnetite nanoparticle were widely used in industrial application. Problem in the synthesis of metal oxide nanoparticles is agglomeration of nanoparticles whereas dispersion of nanoparticles as a necessary requirement in a variety of applications. Synthesis of magnetite nanoparticle by bottom-up method using thermal decomposition was carried out in this research. Then the magnetic nanoparticle was characterized by using SEM (Scanning Electron Microscope) and PSA (Particle Size Analyzer). Based on the analysis, the result concludes that the process of thermal decomposition of Fe (III) acetylacetonate up to 280°C produced Fe_3O_4 nanoparticle with varying size distribution. The diameter size of particle Fe_3O_4 have range from 50,0 nm to 53,9 nm. The number of distribution was 50,0 nm about 69,27% and mean of particle size was 51,3 nm.

Key words: Nanomaterial synthesis, Magnetite (Fe_3O_4), Thermal decomposition

PENDAHULUAN

Penelitian material menemukan area baru yang sangat mendasar dengan digunakannya orde ukuran nanometer (10^{-9}m) sebagai penyusun terkecil material fungsional. Ukuran atau dimensi yang semakin kecil tersebut memberikan implikasi yang sangat luas dalam

pengembangan metode penelitian material yang berakibat makin bertambah banyaknya penemuan pemanfaatan nanomaterial untuk kehidupan. Berkaitan dengan kebutuhan nanoteknologi, nanomaterial dapat memiliki wujud yang berbeda-beda seperti *nanopowder*,

nanotube atau karena penyusunnya sehingga disebut nanokeramik, nanopolimer dan nanokomposit, atau dapat pula karena memiliki fungsi-fungsi yang spesifik seperti nanoelektronik, nanomedika, nanofotonik dan nanomagnetik.

Pengembangan nanoteknologi telah menjadi daya tarik baik bagi ilmuwan maupun pemerintah dengan melakukan kegiatan penelitian, termasuk pembuatan atau sintesis material nano. Pemanfaatan material berukuran nano menjanjikan peluang untuk menciptakan teknologi baru yang penerapannya diharapkan mampu membawa perubahan infrastruktur yang dramatis. Material nano merupakan susunan materi yang berukuran 1 nanometer hingga 100 nanometer (Brydson and Hammond 2005) menunjukkan karakteristik unik yang disebabkan oleh ukuran tersebut. Nanomaterial dapat dibuat dengan dua pendekatan, yaitu *top – down* (memperkecil) dan *bottom – up* (memperbesar). Ada tiga cara yang dikenal untuk membuat nanomaterial dengan pendekatan *top – down*, yaitu penggilingan (*milling*), litografi dan *machining*. Sedangkan pendekatan *bottom – up* menggunakan cara *Vapour Phase Deposition* (VPD), deposisi dengan plasma, epitaksi berkas molekular (*Molecular Beam Epitaxy*, MBE), fasa basah, koloidal, *sol-gel* dan elektrodposisi.

Studi dan sintesis tentang nanopartikel besi oksida, khususnya magnetit (Fe_3O_4) telah berkembang dalam beberapa tahun terakhir ini. Hal ini disebabkan adanya sifat supermagnetis yang dimiliki menyebabkan nanopartikel magnetit mendatangkan manfaat dalam berbagai aplikasi di beberapa bidang. Di bidang medis, nanopartikel magnetit yang bersifat *biocompatible* dapat digunakan sebagai *agent* dalam *bioimaging* yaitu *Magnetic Resonance Imaging* (MRI) *contrast agent*, *agent* dalam *Drug Delivery System* baik dengan cara *conjugation* ataupun *encapsulation agent* dalam *hyperthermia*, misalnya untuk membunuh sel tumor secara *thermogenesis* dan agen dalam *cell labelling*.

Keuntungan yang diperoleh dari penggunaan nanopartikel magnetit di bidang medis adalah rasio antara luas permukaan dan volume partikel yang besar serta kemudahan untuk diakses ke jaringan tubuh. Aplikasi di bidang teknologi antara lain sebagai *ferrofluid* dalam *rotary shaft scaling*, *oscillation dumping*, dan *position sensing* dan sebagai material pada *magnetic storage devices*, *magnetic refrigeration system*. Aplikasi lainnya adalah sebagai pemisah logam dalam pengolahan limbah cair,

sebagai lipida protein *detector*, katalis, *enzym immobilizator* dan biosensor. Nanopartikel Fe_3O_4 demikian luas manfaatnya dalam sains dan teknologi, sehingga pengembangan material baru ini sangatlah dibutuhkan baik menyangkut eksplorasi bahan baku, pengembangan metode sintesis, metode karakterisasi maupun aplikasinya. Dalam pengembangan metode diharapkan dapat dikembangkan metode sintesis yang menghasilkan produk berskala nano yang *monodisperse* dan tak teraglomerasi. Sifat *monodisperse* dibutuhkan untuk kemudahan aplikasinya. Sedangkan sifat tak teraglomerasi dibutuhkan agar diperoleh domain tunggal dari perilaku partikel-partikel tersebut. Nanomaterial dapat diketahui sifat-sifatnya melalui tahapan yang disebut karakterisasi. Sifat-sifat itu diantaranya adalah ukuran (dimensi) butir atau kristalnya, kelistrikan, kemagnetan dan kelarutannya yang dapat diungkap melalui pengukuran atau pengamatan menggunakan alat yang sesuai.

Pada penelitian ini akan dilakukan sintesis nanopartikel secara *bottom-up*, untuk partikel Fe_3O_4 (magnetit). Nanopartikel yang diperoleh dikarakterisasi dengan menggunakan alat *PSA* (*Particle Size Analyzer*), *Benchtop microscope* semi *SEM* (*Scanning Electron Microscope*), kemudian dilakukan interpretasi terhadap hasil yang didapatkan.

BAHAN METODE

Bahan

Bahan yang dipakai pada penelitian ini adalah: Fe(III) *acetylacetonate*; 1,2 dodecanediol; asam oleat; *diphenylether*; etanol; dan heksana. Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah antara lain labu leher tiga, *condensor*, *magnetic stirrer*, *hot plate*, termometer, *oil bath*, *beaker glass*, pipet tetes, aluminium foil, N_2 *container tube*, gelas ukur, erlenmeyer, sentrifusa, alat timbang, spatula, *SEM* (*Scanning Electron Microscope*), dan *PSA* (*Particle Size Analyzer*).

Metode

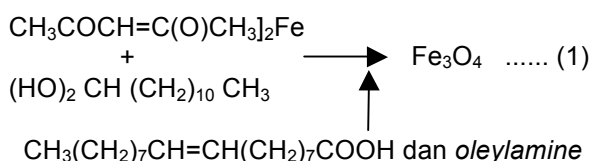
Sebanyak 0,7085 gram Fe(III) *acetylacetonate* (2 mmol); 2,0387 gram 1,2 –dodecanediol (10 mmol); 2 mL asam oleat (6 mmol); 2 mL *oleylamine* (6 mmol) dan 20 mL *diphenylether* dimasukkan ke dalam labu leher tiga untuk direflux dan di-*stirrer* selama 30 menit pada suhu 220°C . Kemudian, larutan dipindahkan ke dalam erlenmeyer dan didinginkan hingga suhu kamar dengan pengaliran N_2 .

Setelah terbentuk larutan berwarna coklat kehitaman, ditambahkan 200 mL etanol dan didiamkan 1 jam hingga 2 jam pada suhu kamar untuk pengendapan.

Setelah terbentuk endapan berwarna coklat kehitaman, larutan disaring dengan kertas saring Whatman 40. Endapan yang didapat dilarutkan kembali dengan heksana sehingga terbentuk lagi larutan berwarna coklat kehitaman. Larutan dibagi dua dan ditambahkan 2 mL etanol, kemudian disentrifusa 30 menit dengan 2000 rpm hingga 3000 rpm. Selanjutnya dilakukan pengukuran dengan *PSA* untuk mengetahui ukuran partikel. Sedangkan endapan yang terbentuk dicuci dengan etanol dan dikeringkan dan dilakukan pengukuran dengan *SEM* untuk mengetahui deskripsi morfologi.

Proses sintesis magnetit (Fe_3O_4) dengan labu leher tiga pada suhu 280°C selama kurang lebih 1 jam 45 menit di atas *magnetic stirrer* dengan dialiri gas N_2 dapat dilihat pada Gambar 1.

Reaksi proses pembuatan nanopartikel magnetit adalah sebagai berikut:



HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil sintesis berupa larutan yang hitam pekat, seperti tampak pada Gambar 2, bersifat magnetik, larut dalam asam dan tidak larut dalam air, sifat-sifat ini sesuai dengan sifat-sifat Fe_3O_4 .

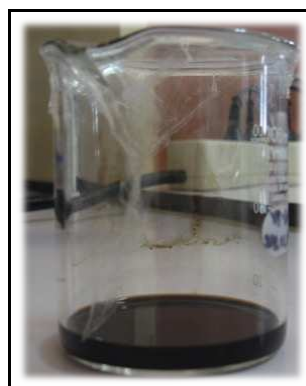
Analisa *PSA*

PSA melakukan pengukuran *particle size* menggunakan prinsip *Dynamic Light Scattering*. Dalam pengukuran ini yang diukur adalah gerak *Brownian* partikel dalam medium dan mengkorelasikannya dengan ukuran partikel tersebut. Prinsip kerjanya yaitu dengan mengiluminasikan cahaya laser dan menganalisa fluktuasi intensitas dari cahaya yang terhambur oleh partikel.

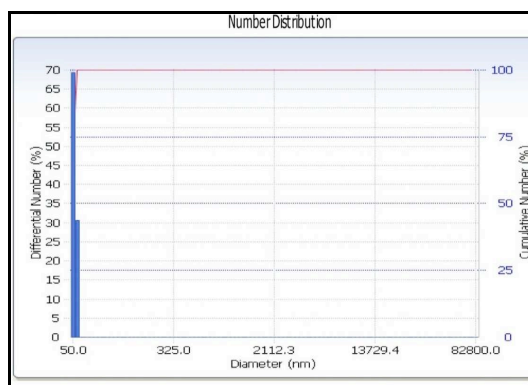
Pada penelitian ini digunakan pelarut heksana yang mempunyai *refractive index* 1,37 dan *viscositas* 0,29. Dari data *PSA* diperoleh ukuran partikel seperti pada Tabel 1.



Gambar 1. Proses sintesis magnetit (Fe_3O_4)



Gambar 2. Hasil sintesis nanopartikel magnetit (Fe_3O_4)



Gambar 3. Gambar distribusi nanopartikel besi

Tabel 1. Ukuran partikel besi dengan pengukuran PSA

n 1.34 / 2.00

Γ (1/sec)	d(nm)	f(%)Int.	f(cum.%)int.	f(%)Vol	f(cum.%)Vol	f(%)No.	f(cum.%)No.
20038.1	50.0	7.8	7.8	0.1	0.1	69.27	69.27
18592.7	53.9	5.5	13.3	0.0	0.1	30.72	99.99
17251.5	58.1	0.0	13.3	0.0	0.1	0.00	99.99
16007.0	62.6	0.0	13.3	0.0	0.1	0.00	99.99
14852.3	67.5	0.0	13.3	0.0	0.1	0.00	99.99
13780.9	72.7	0.0	13.3	0.0	0.1	0.00	99.99
12786.8	78.4	0.0	13.3	0.0	0.1	0.00	99.99
11864.4	84.4	0.0	13.3	0.0	0.1	0.00	99.99
11008.6	91.0	0.0	13.3	0.0	0.1	0.00	99.99
10214.5	98.1	0.0	13.3	0.0	0.1	0.00	99.99
9477.6	105.7	0.0	13.3	0.0	0.1	0.00	99.99
8793.9	113.9	0.0	13.3	0.0	0.1	0.00	99.99
8159.6	122.8	0.0	13.3	0.0	0.1	0.00	99.99
7571.0	132.3	0.0	13.3	0.0	0.1	0.00	99.99
7024.8	142.6	0.0	13.3	0.0	0.1	0.00	99.99
6518.1	153.7	0.0	13.3	0.0	0.1	0.00	99.99
6047.9	165.7	0.0	13.3	0.0	0.1	0.00	99.99
5611.6	178.5	0.0	13.3	0.0	0.1	0.00	99.99
5206.8	192.4	0.0	13.3	0.0	0.1	0.00	99.99
4831.2	207.4	0.0	13.3	0.0	0.1	0.00	99.99
4482.7	223.5	0.0	13.3	0.0	0.1	0.00	99.99
4159.4	240.9	0.0	13.3	0.0	0.1	0.00	99.99
3859.3	259.6	0.0	13.3	0.0	0.1	0.00	99.99
3580.9	279.8	0.0	13.3	0.0	0.1	0.00	99.99
3322.6	301.5	0.0	13.3	0.0	0.1	0.00	99.99
3082.9	325.0	0.0	13.3	0.0	0.1	0.00	99.99
2860.5	350.3	0.0	13.3	0.0	0.1	0.00	99.99
2654.2	377.5	0.0	13.3	0.0	0.1	0.00	99.99
2462.7	406.8	0.0	13.3	0.0	0.1	0.00	99.99
2285.1	438.5	0.0	13.3	0.0	0.1	0.00	99.99
2120.2	472.5	0.0	13.3	0.0	0.1	0.00	99.99
1967.3	509.3	0.0	13.3	0.0	0.1	0.00	99.99
1825.4	548.9	2.1	15.4	0.0	0.1	0.00	99.99
1693.7	591.5	6.5	21.9	0.0	0.1	0.00	99.99
1571.5	637.5	10.9	32.9	0.0	0.1	0.00	99.99
1458.2	687.1	13.1	46.0	0.0	0.1	0.00	100.00
1353.0	740.5	12.0	57.9	0.0	0.1	0.00	100.00
1255.4	798.1	8.1	66.0	0.0	0.2	0.00	100.00
1164.8	860.1	3.4	69.4	0.0	0.2	0.00	100.00
1080.8	927.0	0.0	69.4	0.0	0.2	0.00	100.00
1002.8	999.1	0.0	69.4	0.0	0.2	0.00	100.00
930.5	1076.8	0.0	69.4	0.0	0.2	0.00	100.00
863.4	1160.5	0.0	69.4	0.0	0.2	0.00	100.00
801.1	1250.7	0.0	69.4	0.0	0.2	0.00	100.00
743.3	1347.9	0.0	69.4	0.0	0.2	0.00	100.00
689.7	1452.7	0.0	69.4	0.0	0.2	0.00	100.00
639.9	1565.7	0.0	69.4	0.0	0.2	0.00	100.00
593.8	1687.4	0.0	69.4	0.0	0.2	0.00	100.00

Size Dist. Table Page No. : 1 / 2

Dari Tabel 1. terlihat bahwa nanopartikel besi yang telah dibuat mempunyai ukuran 50 nm hingga 53,9 nm kurang lebih 99%. Sedangkan

dari Gambar 1, distribusi nanopartikel besi yang dihasilkan berada pada ukuran 50 nm.

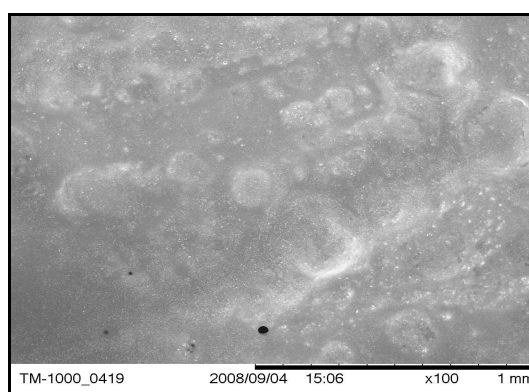
Tabel 2. Rata-rata ukuran nanopartikel besi

Distribution Results (Contin)			Cumulants Results	
Peak	Diameter (nm)	Std. Dev.	Diameter (d)	(nm)
1	51.2	1.8	Polydispersity Index (P.I.)	: 0.454
2	648.1	70.9	Diffusion Const. (D)	: 4.351e-009 (cm ² /sec)
3	68,994.9	6,087.2	Measurement Condition	
4	0.0	0.0	Temperature	: 25.0 (°C)
5	0.0	0.0	Diluent Name	: HexaneSure
Average	51.3	40.8	Refractive Index	: 1.3750
Residual	: 1.377e-002	(0,K)	Viscosity	: 0.2940 (cP)
			Scattering Intensity	: 12110 (cps)

Tabel 2 memperlihatkan bahwa nanopartikel besi yang dihasilkan mempunyai ukuran rata-rata 51,3 nm dengan standar deviasi 40,8.

Pembuatan nanopartikel magnetit (Fe₃O₄) dengan metode dekomposisi termal dilakukan hingga temperatur mencapai 280°C dengan menggunakan *precursor* Fe(III) *acetylacetonate* 2 mmol. Proses dekomposisi termal dari Fe(III) *acetylacetonate* hingga 280°C menghasilkan sumber besi (Fe) dan monomer oksigen untuk menumbuhkan inti Fe₃O₄ dengan distribusi ukuran nanopartikel yang beragam. Penambahan *dodecanediol* berfungsi sebagai *growth agent* sedangkan asam oleat dan *oleylamine* ditambahkan untuk menstabilkan larutan dan mencegah terjadinya penggumpalan atau difusi yang tidak terkontrol. *Diphenylether* berfungsi sebagai pelarut. Campuran yang berwarna coklat kemerahan direflux dan *distirrer* agar bercampur sempurna dan homogen hingga mencapai temperatur 280°C selama kurang lebih 1 jam 45 menit. Aliran gas N₂ secara kontinyu dilakukan untuk mencegah terjadinya oksidasi.

Selama pertumbuhan inti Fe₃O₄, molekul-molekul asam oleat dan *oleylamine* akan menstabilkan pertumbuhan partikel-partikel nano dan mencegah terjadinya agregasi partikel yang disebabkan adanya gaya *Van der Waals* dan gaya magnetik. Pemanasan hingga 280°C menghasilkan larutan emulsi coklat kehitaman yang pekat, kental dan lengket sehingga larutan sulit untuk dipindahkan dari labu leher tiga ke dalam erlenmeyer. Penambahan 200 ml etanol akhirnya dilakukan dalam labu leher tiga dan dalam kurun waktu kurang lebih 20 menit, terjadi pengendapan larutan yang cukup banyak. Filtrat yang dipisahkan ditambahkan lagi dengan 200 ml etanol dan didiamkan selama kurang lebih 1 jam dengan harapan masih akan terjadi



Gambar 4. Foto SEM produk Fe₃O₄ nanopartikel dengan panjang bar skala adalah 1 mm

pengendapan. Hasilnya terjadi endapan yang cukup kemudian ke dalam endapan tersebut ditambahkan lagi dengan heksana, asam oleat dan *oleylamine*.

Analisa SEM

Analisa dengan menggunakan SEM pada prinsipnya adalah menggunakan elektron yang direfleksikan dari permukaan preparat atau sampel untuk menghasilkan gambar. Dimana gambar yang dihasilkan berupa gambar tiga dimensi. Analisa morfologi partikel dilakukan dengan SEM. Pada Gambar 4 tampak bahwa partikel Fe₃O₄ yang disintesis menunjukkan morfologi yang jelas dan masih berupa aglomerat.

KESIMPULAN

Proses dekomposisi termal dari Fe(III) *acetylacetonate* hingga 280°C menghasilkan Fe₃O₄ dengan distribusi ukuran nanopartikel

yang beragam. Diameter partikel Fe_3O_4 yang terbentuk berukuran 50,0 nm hingga 53,9 nm. Bilangan distribusi tertinggi berada pada diameter 50,0 nm dengan distribusi 69,27%, sehingga diameter partikel rata-rata sebesar 51,3 nm.

DAFTAR PUSTAKA

- Berry, C. 2009. Progress in functionalization of magnetic nanoparticles for applications in biomedicine. *Journal of physics d-applied physics* 42(22): 2240.
- Brydson, R.M and C. Hammond. 2005. Genetic methodologies for nano-technology characterization. *Nano-scale science and technology*. John Wiley & Sons.
- Gözüak, F., Y. Köseoğlu, A. Baykal, and H. Kavas. 2009. Synthesis and characterization of $\text{Co}_x\text{Zn}_{1-x}\text{Fe}_2\text{O}_4$ magnetic nanoparticles via a PEG-assisted route. [*Journal of magnetism and magnetic materials* 321 \(14\): 2170-2177](#)
- Guin, D. and S.V. Manorama. 2008. Room temperature synthesis of nearly monodispersed Fe_3O_4 nanoparticles. *Materials letters* 62: 3139-42.
- Obaidat, I.M., B Issa, and Y. Haik. 2011. The role of aggregation of ferrite nanoparticles on their magnetic properties. *Journal of nanoscience and nanotechnology* 11(5): 3882-3888.
- Singh, J. 2004. *Modern physics for engineers*. Weinheim: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co.